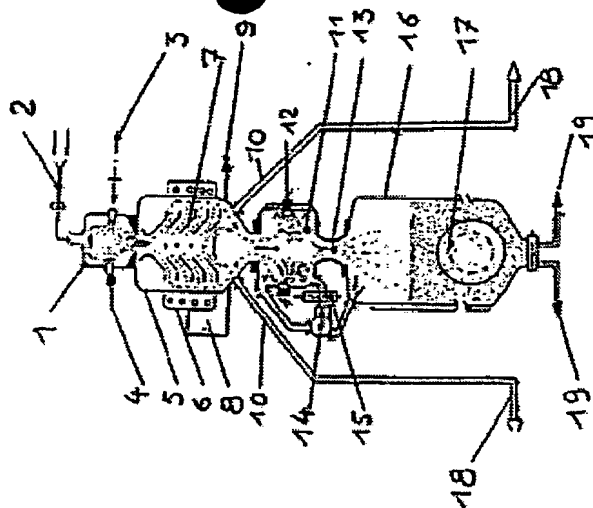


# Method for augmenting the porosity of clay supports such as sepiolite

**Patent number:** FR2758551  
**Publication date:** 1998-07-24  
**Inventor:** DREAN HENRI LOUIS MARIE  
**Applicant:** DREAN HENRI LOUIS MARIE (FR)  
**Classification:**  
- international: C04B33/04; B01J20/30; B01J20/12; B01D53/14  
- european: B01J20/10; B01J20/12  
**Application number:** FR19970000519 19970120  
**Priority number(s):** FR19970000519 19970120

## Abstract of FR2758551

A method is claimed for a treatment designed to augment the porosity of clay supports essentially incorporating in their structures some metallic atoms and its particular application for sepiolite. It consists of submitting these supports to a sensitisation acid washing then to a centrifugation and a drying of the treated active material by ultra-sonic waves in order to allow pressurising of the molecular linkage between the silica and magnesium of the open structure of the porosity of the supports and realising a shearing effect to liberate the heavy magnesium atoms from the silica structure. Such a treatment of the sepiolite augments the cross section of the intercrystalline channels of the porosity and sensitises the internal exchange surfaces. The apparatus for carrying the above method is also claimed.



①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

①⑪ N° de publication :  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

**2 758 551**

②① N° d'enregistrement national : **97 00519**

⑤① Int Cl<sup>8</sup> : C 04 B 33/04, B 01 J 20/30, 20/12, B 01 D 53/14

⑫

# DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

**A1**

②② Date de dépôt : 20.01.97.

③⑦ Priorité :

④③ Date de la mise à disposition du public de la  
demande : 24.07.98 Bulletin 98/30.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du  
présent fascicule.*

⑥⑦ Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

⑦① Demandeur(s) : DREAN HENRI LOUIS MARIE —  
FR.

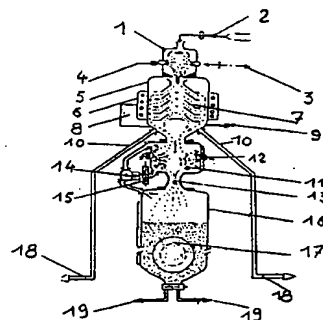
⑦② Inventeur(s) :

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire :

⑤④ PROCÉDE ET DISPOSITIF EN VUE D'ACCROITRE LA POROSITE DES SUPPORTS DU TYPE ARGILE COMME LA SEPIOLITE.

⑤⑦ Dispositif permettant d'accroître la porosité des supports du type argile dont la sépiolite. Le dispositif comporte une capacité de lavage (1) de sensibilisation de la matière à traiter qui est injectée atomisée à la partie supérieure (2) pour subir un lavage énergétique par une injection de liquide acide (3) et (4). La matière est ensuite traitée mécaniquement dans une centrifugeuse (7) pour être séchée par ondes ultrasonores (12) émises de bases positionnées à la périphérie de la capacité (11).§.



FR 2 758 551 - A1



2758551

1

La présente invention concerne un dispositif de traitement des supports du type ARGILE comportant essentiellement dans leurs structures moléculaires des atomes métalliques en général et son application particulière pour la sépiolite qui peut servir de  
5 support et constituant de base pour la constitution de matières et produits absorbants des composés volatils de l'atmosphère.

Ces supports argileux, présentent des structures particulières caractérisant une grande porosité intéressante pour les surfaces d'échanges avec les gaz de l'atmosphère. La caractérisation pour  
10 la circulation des gaz dans ces porosités est déterminée par l'ouverture de ces canaux intercrystallins.

Dans le cas particulier de la sépiolite, la constitution des porosités longitudinales est définie par une distribution en feuilles d'unités de sillces tétraédriques liées au moyen d'atomes d'oxygène à une feuille  
15 octaédrique comportant les atomes de magnésium pour les supports du type magnésien. Cette structure particulière caractérise les porosités cylindriques dont l'ouverture est conditionnée par le positionnement des atomes métalliques dont les atomes de magnésium pour la sépiolite de magnésium en particulier. Cette distribution  
20 est représentée schématiquement dans un seul plan pour la bonne compréhension fonctionnelle du dispositif par la figure 2.

La figure 2, représente les canaux des porosités unitaires comportant dans la section tétraédrique les atomes de silice (21), les atomes d'oxygènes (22) et les atomes de magnésium (23) qui  
25 sont positionnés en liaison octaédrique sur l'extrémité des canaux cylindriques. Cette distribution consolide les canaux cylindriques (20) des porosités et les canaux (30) caractérisent l'ouverture octaédrique des porosités.

Pour favoriser la circulation des composés volatils de l'atmosphère dans ces canaux, le dispositif objet de l'invention consiste à  
30 ouvrir ces porosités et de les alléger des atomes métalliques lourds qui par leur poids ont la tendance naturelle des liaisons à se fermer et provoquer ainsi une obstruction plus ou moins importante des ouvertures octaédriques.

Pour favoriser la capacité de réactions physico chimiques, pour transformer les composés volatils circulant dans ces canaux, il est utile d'assurer un prétraitement de ces centres actifs d'absorption pour sensibiliser et augmenter les capacités  
35 d'interactions des groupes hydroxyles de silice avec les molécules externes en formant des liens covalents avec certains réactifs organiques. Le dispositif objet de l'invention réalise particulièrement ce traitement de sensibilisation par lavage acide et l'ouverture des porosités est augmentée d'une valeur significative par la centrifugation de la sépiolite pour éliminer les atomes lourds de  
40 magnésium à l'ouverture des porosités.  
45

2758551

2

La figure 1 représente l'appareillage de traitement permettant de conditionner l'ouverture des porosités et de sensibiliser les surfaces d'échanges internes.

5 Le dispositif comporte une capacité de lavage de prétraitement (1),  
une machine de centrifugation (7) avec son multiplicateur (8) et son  
enveloppe de chauffage (6). La matière à traiter, l'argile et  
la sépiolite de magnésium en particulier est injectée sous pression  
et atomisée à la partie supérieure de la capacité (1). Les arrivées  
10 de la capacité (1) permet de réaliser un lavage mécanique énergique  
de la matière introduite (2) sous une granulométrie très fine à la  
partie supérieure de la capacité (1). Ce traitement acide énergique  
en ambiance fluidisée augmente d'une manière significative la  
15 section croisée des canaux intercrystallins des porosités de la  
matière ainsi traitée.

Ce constituant mélangé et fluidisé avec un liquide acide, est  
introduit à la partie haute de la centrifugeuse (7). La centrifugation  
du mélange, s'effectue à une vitesse de rotation supérieure à 10 000 tours  
par minute et dans une enveloppe maintenue à une température  
20 comprise entre 150 et 200 degrés centigrades par des cannes  
chauffantes (6) de chauffage de l'enveloppe de la centrifugeuse (7).  
Le traitement en température de la matière dont la sépiolite dans  
un milieu acide augmente la section croisée des canaux des  
porosités. La centrifugation à grande vitesse du mélange, permet  
25 par l'effet cisaille la mise en contrainte de la liaison moléculaire  
silice et magnésium de la structure ouverte des porosités comme  
représentées par la figure 2. Les forces de contraintes externes  
des atomes lourds métalliques dont le magnésium pour la structure  
particulière de la sépiolite, induites par la centrifugation, sont  
30 caractérisées par l'établissement d'un champ de contraintes (24)  
de traction sur les atomes de magnésium (23) pour opérer l'effet  
cisaille (26) de la liaison silice (21). La liaison cisillée (26) libérée  
du poids des atomes métalliques amène une ouverture (30) plus  
grande des porosités de la matière traitée.

35 A la sortie inférieure des étages de centrifugation, les résidus  
lourds comportant entre autres les atomes métalliques sont extraits  
en périphérie (9), le liquide est sorti en (10) et la matière  
traitée ressort à la partie centrale pour entrer dans la capacité de  
séchage (11).

40 Le séchage des granules de matière traitée est assuré par ondes  
ultra sonores à fréquence et puissance modulables émises par  
les bases (12) positionnées en périphérie de la capacité de séchage  
(11).

2758551

3

5 Les granules séchés sortent par la tuyère (13) pour être pulvérisés dans un réservoir tampon (16). Le réservoir (16) comporte un tambour de chauffage (17) qui permet de maintenir en température et parfaire le séchage de la matière ainsi traitée. La matière argile ou sépiolite en particulier ainsi traitée peut être dirigée vers les installations de transformations (19).

Le liquide de procédé peut être dirigé directement dans les bioréacteurs de traitements par les liaisons (18).

10 Les capacités (11) et (16) sont ventilées et mis en dépression par un ventilateur (14) et un filtre (15). Cette mise en dépression énergétique des capacités (11) et (16) favorise essentiellement l'écoulement et le séchage de la matière traitée qui circule en lit fluidisé.

2758551

4

## REVENDECATIONS

- 1 ) Procédé de traitement destiné à accroître la porosité de supports du type ARGILE comportant essentiellement dans leurs structures des atomes métalliques en général et son application particulière pour la sépiolite , caractérisé en ce qu'il consiste à soumettre ces supports à un lavage acide de sensibilisation puis à une centrifugation et à un séchage de la matière active traitée par ondes ultra sonores afin de permettre la mise en contrainte de la liaison moléculaire silice (21) et magnésium (23) de la structure ouverte des porosités (30) des dits supports et réaliser l'effet cisaille (26) pour libérer les atomes lourds de magnésium (23) de la structure silice, un tel traitement de la sépiolite augmente la section croisée des canaux intercrystallins des porosités et sensibilise les surfaces internes d'échanges .
- 2 ) Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que le traitement comporte le lavage de la matière à traiter en granulométrie très fine injectée sous forme atomisée à la partie supérieure (2) d'une capacité (1) est effectué par un liquide acide introduit sous pression pour assurer un prétraitement mécanique énergétique de sensibilisation et comporte en outre à la suite une centrifugation à grande vitesse de cette matière qui est ensuite dirigée dans une capacité (11) disposée à la sortie de la centrifugeuse pour être séchée par ondes ultra sonores .
- 3 ) Dispositif pour la mise en oeuvre du procédé selon les revendications 1 et 2 caractérisé en ce qu'il comporte une capacité de lavage (1) dans laquelle la matière à traiter est injectée sous forme atomisée à la partie supérieure (2) et mélangée à un liquide acide introduit sous pression par des buses (3) et (4) , une centrifugeuse (7) comprenant un multiplicateur (8) permettant une vitesse de rotation supérieure à 10 000 tours par minute et la dite centrifugeuse est pourvue à la sortie inférieure des étages de centrifugation à grande vitesse d'une sortie (9) d'extraction des résidus lourds en périphérie , d'une sortie (10) du liquide de traitement et d'une sortie en partie centrale dirigeant la matière traitée dans une capacité de séchage (11) à ondes ultra sonores pour être récupéré à la sortie dans un réservoir tampon de stockage (16) .
- 4 ) Dispositif selon la revendication 3 caractérisé en ce que l'enveloppe extérieure de la centrifugeuse (7) est pourvue de cannes chauffantes (6) destinées à maintenir l'ensemble de la centrifugation à une température comprise entre 150 et 200 degrés centigrades .

2758551

5

- 5 ) Dispositif selon la revendication 3 et la revendication 4 caractérisé en ce que les ondes ultra sonres émises par des bases (12) sont de fréquences et puissances variables et positionnées en périphérie de la capacité de séchage (11) .
- 5      6 ) Dispositif selon les revendications 3 , 4 et 5 caractérisé en ce que la capacité (11) comporte une tuyère (13) sur la sortie des granulés séchés de la dite capacité pour pulvériser les granulés dans un réservoir tampon (16) maintenu en température par un tambour de chauffage (17) pour parfaire le séchage de la matière traitée .
- 10
- 7 ) Dispositif selon l'une quelconque des revendications 3 à 6 caractérisé en ce que les capacités (11) et (16) sont ventilées et mises en dépression par un ventilateur (14) comportant un filtre (15) pour favoriser le séchage de la matière traitée qui circule en lit fluidisé .
- 15
- 8 ) Application des supports traités à partir du procédé selon les revendications 1 et 2 à la réalisation d'absorbants des composés volatils de l'atmosphère .

2758551

1 / 2

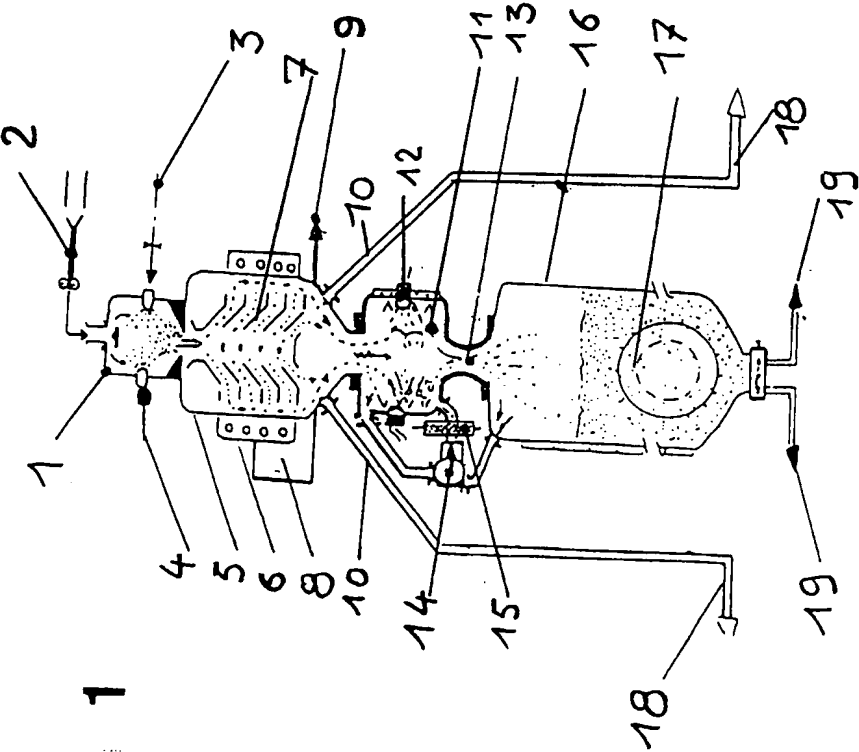
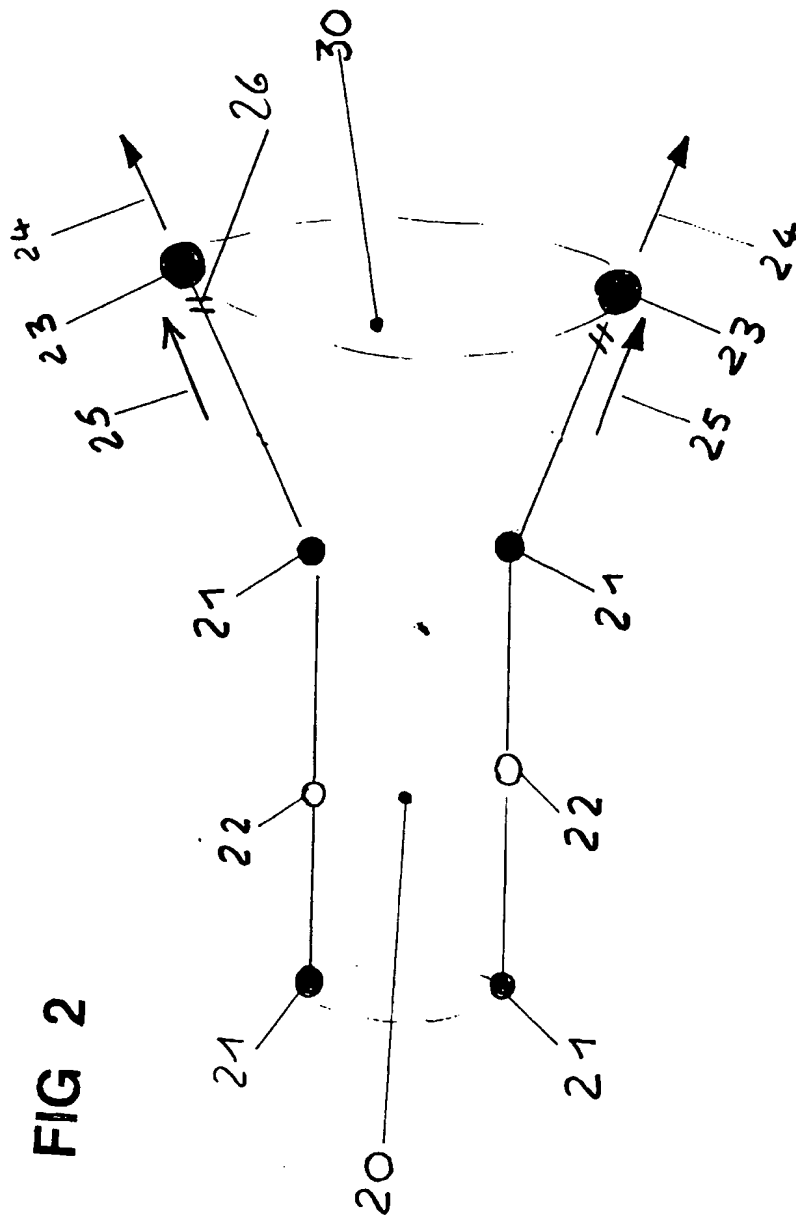


FIG 1



**2758551**

2 / 2



2758551

REPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL  
de la  
PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE  
PRELIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement  
national

FA 544242  
FR 9700519

| DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  |                                                                                                                                                                                                                                                               | Revendications concernées de la demande examinée |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------|
| Catégorie                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                              | Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes                                                                                                                                                                               |                                                  |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | FR 2 157 166 A (CARBONISATION ET CHARBONS ACTIFS)<br>* page 1, ligne 32 - page 3, ligne 13 *                                                                                                                                                                  | 1                                                |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | PATENT ABSTRACTS OF JAPAN<br>vol. 6, no. 235 (C-136)<br>& JP 57 136938 A (CHIYODA KAKO KENSETU)<br>* abrégé *                                                                                                                                                 | 1                                                |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | GB 939 937 A (THE FULLERS EARTH UNION)<br>* page 1, ligne 9-38 *<br>* page 2, ligne 98-100 *<br>* page 4, ligne 123 - page 5, ligne 30 *                                                                                                                      | 1,3                                              |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | US 2 563 977 A (VAN HORN)<br>* colonne 4, ligne 23 - colonne 6, ligne 29 *                                                                                                                                                                                    | 1,3                                              |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | EP 0 398 636 A (ENGELHARD CORP.)<br>* page 3, colonne 30 - page 6, colonne 40 *                                                                                                                                                                               | 1                                                |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | US 1 819 496 A (BAYLIS)<br>* page 1, ligne 82 - page 3, ligne 89 *                                                                                                                                                                                            | 1,3                                              |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | US 2 968 633 A (WEIR)<br>* colonne 7-8; revendications 1-7 *                                                                                                                                                                                                  | 1                                                |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 124, no. 8,<br>19 février 1996<br>Columbus, Ohio, US;<br>abstract no. 91724g,<br>V. RODRIGUEZ: "ACID ACTIVATION OF A<br>SPANISH SEPIOLITE"<br>page 284; colonne 2;<br>XP002044223<br>& CLAY MINER. 1995, 30(4), 315-23<br>* abrégé * | 1                                                |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        |                                                                                                                                                                                                                                                               | DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)        |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        |                                                                                                                                                                                                                                                               | B01J                                             |
| Date d'achèvement de la recherche                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      |                                                                                                                                                                                                                                                               | Examineur                                        |
| 22 octobre 1997                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        |                                                                                                                                                                                                                                                               | Wendling, J-P                                    |
| <p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul<br/>Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie<br/>A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général<br/>O : divulgation non-écrite<br/>P : document intermédiaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention<br/>E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.<br/>D : cité dans la demande<br/>L : cité pour d'autres raisons<br/>&amp; : membre de la même famille, document correspondant</p> |                                                                                                                                                                                                                                                               |                                                  |

1

EPO FORM 1503 (12.82) (P4/C13)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**